

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-178079

(43)Date of publication of application : 27.06.2000

(51)Int.Cl. C04B 37/00
B23K 1/19
B23K 35/30
C04B 37/02

(21)Application number : 10-361443

(71)Applicant : KYOCERA CORP

(22)Date of filing : 18.12.1998

(72)Inventor : YAMAMOTO KOJI

(54) BRAZING FILLER METAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a material useful for direct bonding between ceramic bodies or between a ceramic body and a metal body by forming a brazing filler metal of gold and vanadium of respectively specified quantities.

SOLUTION: A brazing filler metal has a composition consisting of, by weight, 93-99% gold (Au) and 1-7% vanadium (V). V has an effect to directly bond a ceramic to the brazing filler metal, and when the brazing filler metal is placed on the surface of the ceramic and heated at about 700° C, V in the brazing filler metal forms a reaction layer with any of nitride, carbide or oxide ceramics. Thus, the brazing filler metal containing V as one component is bondable to any ceramics. Au has an effect to bond reaction layer forms on the surfaces of the ceramics to each other, or to bond the reaction layer to be formed on the surface of the ceramic to the surface of the metal. Thus, no metallized layer need be attached to the surface of the ceramic in advance.

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the filter medium for joining a ceramic body, a ceramic body or a ceramic body, and a metal body directly.

[0002]

[Description of the Prior Art]the junction to a ceramic body, a ceramic body or a ceramic body, and a metal body makes the metallized metal layer laminate beforehand on the surface of a ceramic body conventionally -- these metallized metal layers -- or it is carried out by joining a metallized metal layer and a metal body via filter media, such as silver solder.

[0003]The metallized metal layer laminated on this ceramic body, Generally high-melting point metal powder, such as tungsten and molybdenum manganese, is comprised, Carry out addition mixing of an organic binder or the solvent at high-melting point metal powder, such as tungsten and molybdenum manganese, and metal paste is created, Print coating of this is carried out to raw or a sintered ceramic body surface with thick film methods, such as screen printing, and it is covered on the surface of a ceramic body by calcinating this in reducing atmosphere and carrying out the sintering unification of high-melting point metal powder and the ceramic body after an appropriate time.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]However, the junction to this conventional ceramic body and ceramic body or a ceramic body, and a metal body must make a metallized metal layer laminate on the ceramic body surface beforehand, The complicated process for laminating a metallized metal layer was required, and it had a fault which makes a final product a high cost.

[0005]The metallized metal layer which uses said tungsten, molybdenum manganese, etc. is laminated only on the oxide stock ceramics represented by the aluminum oxide, In junction to a ceramic body, a ceramic body or a ceramic body, and a metal body, it also had the fault of receiving big restrictions in the construction material by the side of a ceramic body.

[0006]When this invention person contacted vanadium (V) to the ceramic body and heat was impressed in view of the above-mentioned fault as a result of various experiments, he did the knowledge of vanadium (V) showing activity to all ceramics, and joining to a ceramic body firmly.

[0007]This invention is in offer ***** about the new filter medium which can join directly the ceramic bodies or ceramic body, and metal body which comprise all the ceramics of oxide stock, a carbide system, and a nitride system based on the above-mentioned knowledge as unnecessary in a metallized metal layer.

[0008]

[Means for Solving the Problem]This invention will be a filter medium for joining ceramic bodies or a ceramic body, and a metal body directly, and, in gold (Au), vanadium (V) will be 93 thru/or 99 % of the weight from 1 thru/or 7 % of the weight.

[0009]Vanadium (V) used as one ingredient of a filter medium of this invention makes an operation which joins a ceramic body and a filter medium directly, If heat of about 700 ** is impressed while making a filter medium lay on the surface of a ceramic body, vanadium (V) in a filter medium will react to the surface of a ceramic body, For example, a reaction layer which

comprises VN_x ($x = \text{unfixed}$) when a ceramic body consists of nitride system ceramics, A reaction layer which comprises VO_x ($x = \text{unfixed}$) in a reaction layer which comprises VC_x ($x = \text{unfixed}$) when a ceramic body consists of carbide system ceramics when a ceramic body consists of oxide stock ceramics further is formed, and a filter medium is joined to the ceramic body surface by this formed reaction layer.

[0010] Said vanadium (V) Nitride system ceramics, carbide system ceramics, Since any of oxide stock ceramics form a reaction layer, a filter medium of this invention which uses this vanadium (V) as one ingredient becomes possible [joining to both nitride system ceramics carbide system ceramics and oxide stock ceramics].

[0011] In fusing gold (Au) used for said filter medium and joining ceramic bodies, In making an operation which joins reaction layer of each other formed in the surface of each ceramic body and joining a ceramic body and a metal body, it succeeds in an operation which joins a reaction layer and the surface of a metal body which were formed on the surface of a ceramic body.

[0012] Absolute magnitude of said filter medium of a reaction layer in which quantity of vanadium (V) will be formed at a reaction with a ceramic body less than 1% of the weight if a golden (Au) quantity exceeds 99 % of the weight can decrease, and a filter medium cannot be firmly joined to the ceramic body surface, If quantity of vanadium (V) will exceed 7 % of the weight and a golden (Au) quantity will be less than 93 % of the weight, vanadium (V) will enter into Kanenaka so much, and the oxidation resistance of a filter medium will deteriorate greatly. Therefore, said filter medium is specified as a range whose quantity of vanadium (V) is 1 % of the weight thru/or 7 % of the weight by range whose golden (Au) quantity is 93 % of the weight thru/or 99 % of the weight.

[0013] (Example of an experiment) A operation effect of this invention is explained based on an example of an experiment below. While carrying out weighing so that it may become weight % which shows vanadium (V) and gold (Au) in Table 1 first, addition mixing of an organic solvent and the solvent is carried out at this, it is made paste state, and a filter-medium sample is obtained.

[0014] This filter-medium sample Next, a nature sintered compact of an aluminum oxide ($aluminum_2O_3$), 6 mm in diameter which comprise a nature sintered compact (AlN) of aluminium nitride, and a nature sintered compact (SiC) of silicon carbide. In the upper and lower sides of a 3-mm-thick ceramic body, print coating is carried out to 30 micrometers in thickness, While allotting a metal body which consists of an iron-nickel cobalt alloy 6 mm in diameter, and 3 cm in length after an appropriate time on a paste which carried out print coating, it calcinates at the inside of a vacuum furnace (degree of vacuum: below 10^{-6} Torr), and temperature of 1030 **, and a metal body is joined to up-and-down both sides of a ceramic body.

[0015] And next a metal body was pulled perpendicularly, it asked for hauling power when one side of a metal body separated from a ceramic body, and bonding strength per unit area was investigated based on this.

[0016] This was simultaneously held among the atmosphere at temperature of 860 ** for 500 hours, a filter-medium specimen surface was observed under 20 times as many microscopes after an appropriate time, and it was investigated whether an oxide was formation ***** on the surface of a filter medium.

[0017] After a paste which uses said filter-medium sample added an organic solvent and a solvent into vanadium and gold whose particle diameter is 10 micrometers - 30 micrometers, with a kneading machine, it was kneaded for 10 hours and created.

[0018] Bonding strength investigated 20 per each sample, and made the average value bonding strength. Five per each sample were investigated about formation of an oxide, and that in which an oxide is formed in area which exceeds 10% to the total surface area of a filter-medium sample was judged as inferior goods. The sample number 17 is a comparison sample for comparing with this invention article, and carries out low attachment of the metal body using a silver solder material (silver: 72 % of the weight, copper: 28 % of the weight) currently generally conventionally used for the ceramic body surface. The above-mentioned result is shown in the following table.

[0019]

[Table 1]

試料 番号	セラミック体 の種類	ロウ材組成 (重量%)		接合強度 (kgf/mm ²)	ロウ材試料表面の酸化物 形成による不良品数 (／5個)
		バナジウム	金		
*1	Al ₂ O ₃	0.5	99.5	2.8	0／5
*2	AlN	0.5	99.5	2.5	0／5
3	SiC	1.0	99.0	4.2	0／5
4	AlN	1.0	99.0	4.2	0／5
5	Al ₂ O ₃	1.0	99.0	4.4	0／5
6	AlN	3.0	97.0	4.3	0／5
7	SiC	3.0	97.0	4.5	0／5
8	Al ₂ O ₃	3.0	97.0	4.6	0／5
9	Al ₂ O ₃	5.0	95.0	5.8	0／5
10	AlN	5.0	95.0	5.5	0／5
11	SiC	5.0	95.0	5.4	0／5
12	Al ₂ O ₃	7.0	93.0	5.5	0／5
13	AlN	7.0	93.0	5.2	0／5
14	SiC	7.0	93.0	5.3	0／5
*15	AlN	8.0	92.0	4.7	4／5
*16	Al ₂ O ₃	8.0	92.0	5.0	5／5
*17	AlN	銀ロウ		——	ロウ材がAlNに接合せず

* 印を付した試料番号は本発明の範囲外のものである。

[0020]A filter medium of this invention is firmly joined to the conventional silver solder being what is not directly joined to a ceramic body, as the above-mentioned experimental result also shows to both oxide stock ceramics nitride system ceramics and carbide system ceramics.

[0021]It becomes possible to join a metal body of the filter medium which especially carried out vanadium one to 7% of the weight, and made gold 93 to 99% of the weight of the range to the ceramic body of all the construction material by the strong junction power more than 4 kgf (s)/mm².

[0022]An oxide is not formed in the surface and the filter medium of this invention does not generate an appearance defect etc.

[0023]

[Effect of the Invention]As for the filter medium of this invention, in gold, 93 thru/or 99 % of the weight and vanadium comprise 1 thru/or 7 % of the weight, Since vanadium is contained inside, a metal body can be joined directly as unnecessary in the metallized metal layer of a ground, and firmly to both oxide stock nature nitride system ceramics and carbide system ceramics.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2000-178079

(P 2000-178079A)

(43) 公開日 平成12年6月27日(2000. 6. 27)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード(参考)
C 0 4 B	37/00	C 0 4 B 37/00	B 4G026
B 2 3 K	1/19	B 2 3 K 1/19	B
	35/30	35/30	3 1 0 A
C 0 4 B	37/02	C 0 4 B 37/02	B

審査請求 未請求 請求項の数 1

O L

(全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平10-361443
 (22) 出願日 平成10年12月18日(1998. 12. 18)

(71) 出願人 000006633
 京セラ株式会社
 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
 (72) 発明者 山本 弘司
 滋賀県蒲生郡蒲生町川合10番地の1 京セラ株式会社滋賀工場内
 Fターム(参考) 4G026 BA01 BA03 BA14 BA16 BB01
 BB21 BF15 BG02 BG04 BG23

(54) 【発明の名称】 ロウ材

(57) 【要約】

【課題】セラミック体に金属体を接合させる際、セラミック体に下地のメタライズ金属層が必要である。また下地のメタライズ金属層は酸化物系のセラミック体にしか被着せず、セラミック体と金属体との接合においてセラミック体の材質に大きな制約がある。

【解決手段】金が93乃至99重量%と、バナジウムが1乃至7重量%とからなるロウ材。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 金が93乃至99重量%、バナジウムが1乃至7重量%からなり、セラミック体同士またはセラミック体と金属体とを直接接合するロウ材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はセラミック体とセラミック体、或いはセラミック体と金属体とを直接接合させるためのロウ材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、セラミック体とセラミック体、或いはセラミック体と金属体との接合は、セラミック体の表面に予めメタライズ金属層を被着させておき、該メタライズ金属層同士を、或いはメタライズ金属層と金属体とを銀ロウ等のロウ材を介し接合することによって行われている。

【0003】 かかるセラミック体に被着されるメタライズ金属層は、一般にタングステンやモリブデン—マンガンの高融点金属粉末から成り、タングステンやモリブデン—マンガンの高融点金属粉末に有機バインダーや溶剤を添加混合して金属ペーストを作成し、これを生もしくは焼結セラミック体表面に、スクリーン印刷法等の厚膜手法により印刷塗布し、しかる後、これを還元雰囲気中で焼成し高融点金属粉末とセラミック体とを焼結一体化させることによってセラミック体の表面に被着される。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、この従来のセラミック体とセラミック体、あるいはセラミック体と金属体との接合はセラミック体表面に予めメタライズ金属層を被着させておかなければならず、メタライズ金属層を被着するための複雑な工程が必要で、最終製品を高コストとする欠点を有していた。

【0005】 また、前記タングステンやモリブデン—マンガンを使用したメタライズ金属層は酸化アルミニウムに代表される酸化物系セラミックにしか被着せず、セラミック体とセラミック体、あるいはセラミック体と金属体との接合において、セラミック体側の材質に大きな制約を受けるという欠点も有していた。

【0006】 本発明者は上記欠点に鑑み種々の実験の結果、バナジウム(V)をセラミック体に接触させて熱を印加するとバナジウム(V)があらゆるセラミックに対し活性をしめしセラミック体に強固に接合することを知見した。

【0007】 本発明は上記知見に基づき酸化物系、炭化物系、窒化物系のすべてのセラミックから成るセラミック体同士あるいはセラミック体と金属体とをメタライズ金属層を不要として直接接合することができる新規なロウ材を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明は、セラミック体同士またはセラミック体と金属体とを直接接合するためのロウ材であって、金(Au)が93乃至99重量%と、バナジウム(V)が1乃至7重量%とからなることを特徴とするものである。

【0009】 本発明のロウ材の成分として使用されるバナジウム(V)はセラミック体とロウ材とを直接接合させる作用をなし、セラミック体の表面にロウ材を載置させるとともに約700℃の熱を印加すればロウ材中のバナジウム(V)がセラミック体の表面と反応して、例えば、セラミック体が窒化物系セラミックからなる場合には VN_x (x =不定)から成る反応層を、またセラミック体が炭化物系セラミックからなる場合には VC_x (x =不定)から成る反応層を、更にセラミック体が酸化物系セラミックからなる場合には VO_x (x =不定)から成る反応層を形成し、該形成された反応層によってロウ材がセラミック体表面に接合される。

【0010】 前記バナジウム(V)は窒化物系セラミック、炭化物系セラミック、酸化物系セラミックのいずれとも反応層を形成することから、かかるバナジウム(V)を成分として使用した本発明のロウ材は窒化物系セラミック、炭化物系セラミック、酸化物系セラミックのいずれにも接合することが可能となる。

【0011】 また前記ロウ材に使用される金(Au)は溶融してセラミック体同士を接合させる場合には、各々のセラミック体の表面に形成された反応層を互いに接合させる作用をなし、またセラミック体と金属体とを接合させる場合には、セラミック体の表面に形成された反応層と金属体の表面とを接合させる作用をなす。

【0012】 なお、前記ロウ材はバナジウム(V)の量が1重量%未満、金(Au)の量が99重量%を超えるとセラミック体との反応で形成される反応層の絶対量が少なくなつてロウ材をセラミック体表面に強固に接合させることができず、またバナジウム(V)の量が7重量%を超え、金(Au)の量が93重量%未満となると金中にバナジウム(V)が多量に入り込み、ロウ材の耐酸化性が大きく劣化してしまう。従つて、前記ロウ材はバナジウム(V)の量が1重量%乃至7重量%の範囲に、金(Au)の量が93重量%乃至99重量%の範囲に特定される。

【0013】 (実験例) 次に本発明の作用効果を実験例に基づき説明する。まずバナジウム(V)及び金(Au)を表1に示す重量%となるように秤量するとともに、これに有機溶剤、溶媒を添加混合しペースト状にしてロウ材試料を得る。

【0014】 次にこのロウ材試料を酸化アルミニウム質焼結体(Al_2O_3)、窒化アルミニウム質焼結体(AlN)、炭化珪素質焼結体(SiC)から成る直径6mm、厚さ3mmのセラミック体の上下面に、厚さ30μmに印刷塗布し、しかる後、印刷塗布したペースト上に

直径6mm、長さ3cmの鉄-ニッケル-コバルト合金からなる金属体を配するとともに真空炉中（真空度： 10^{-6} Torr以下）、 1030°C の温度で焼成し、セラミック体の上下両面に金属体を接合する。

【0015】そして次に金属体を垂直方向に引っ張り、金属体の一方がセラミック体より剥がれた時の引っ張り力を求め、これを基に単位面積当たりの接合強度を調べた。

【0016】また同時にこれを 860°C の温度で大気中、500時間保持し、しかる後、ロウ材試料表面を200倍の顕微鏡で観察し、ロウ材の表面に酸化物が形成されているか否かを調べた。

【0017】なお、前記ロウ材試料を使用したペーストは粒径が $10\mu\text{m}\sim 30\mu\text{m}$ のバナジウム、金に有機溶*

*剤、溶媒を添加した後、混練機で10時間混練して作成した。

【0018】また接合強度は各試料につき20個を調べ、その平均値を接合強度とした。更に酸化物の形成については各試料につき5個を調べ、ロウ材試料の全表面積に対し10%を超える面積で酸化物が形成されているものを不良品として判断した。更に試料番号17は本発明品と比較するための比較試料であり、セラミック体表面に従来一般に使用されている銀ロウ材（銀：72重量%、銅：28重量%）を使用して金属体をロウ付けしたものである。上記の結果を下表に示す。

【0019】

【表1】

試料番号	セラミック体の種類	ロウ材組成 (重量%)		接合強度 (kgf/mm ²)	ロウ材試料表面の酸化物形成による不良品数 (／5個)
		バナジウム	金		
*1	Al ₂ O ₃	0.5	99.5	2.8	0／5
*2	AlN	0.5	99.5	2.5	0／5
3	SiC	1.0	99.0	4.2	0／5
4	AlN	1.0	99.0	4.2	0／5
5	Al ₂ O ₃	1.0	99.0	4.4	0／5
6	AlN	3.0	97.0	4.3	0／5
7	SiC	3.0	97.0	4.5	0／5
8	Al ₂ O ₃	3.0	97.0	4.6	0／5
9	Al ₂ O ₃	5.0	95.0	5.8	0／5
10	AlN	5.0	95.0	5.5	0／5
11	SiC	5.0	95.0	5.4	0／5
12	Al ₂ O ₃	7.0	93.0	5.5	0／5
13	AlN	7.0	93.0	5.2	0／5
14	SiC	7.0	93.0	5.3	0／5
*15	AlN	8.0	92.0	4.7	4／5
*16	Al ₂ O ₃	8.0	92.0	5.0	5／5
*17	AlN	銀ロウ		——	ロウ材AlNに接合せず

*印を付した試料番号は本発明の範囲外のものである。

【0020】上記実験結果からも判るように従来の銀ロウはセラミック体には直接接合しないものであるのに対し、本発明のロウ材は酸化物系セラミック、窒化物系セラミック、炭化物系セラミックのいずれにも強固に接合

する。

【0021】特にバナジウムを1～7重量%、金を93～99重量%の範囲としたロウ材は全ての材質のセラミック体に金属体を4kgf/mm²以上の強い接合力で

接合させることが可能となる。

【0022】また本発明のロウ材は表面に酸化物が形成されることはなく、外観不良等が発生することもない。

【0023】

【発明の効果】本発明のロウ材は、金が93乃至99重

量%と、バナジウムが1乃至7重量%から成り、内部にバナジウムを含有していることから酸化物系性、窒化物系セラミック、炭化物系セラミックのいずれにも金属体を下地のメタライズ金属層を不要として直接、強固に接合させることができる。